

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-167370

(43)Date of publication of application : 17.06.2004

(51)Int.Cl.

B01J 35/02  
B01J 21/18  
B01J 37/14  
C01B 3/04

(21)Application number : 2002-335975

(71)Applicant : JAPAN ATOM ENERGY RES INST

(22)Date of filing : 20.11.2002

(72)Inventor : SAI EIKI

UMEBAYASHI TSUTOMU

YAMAMOTO HARUYA

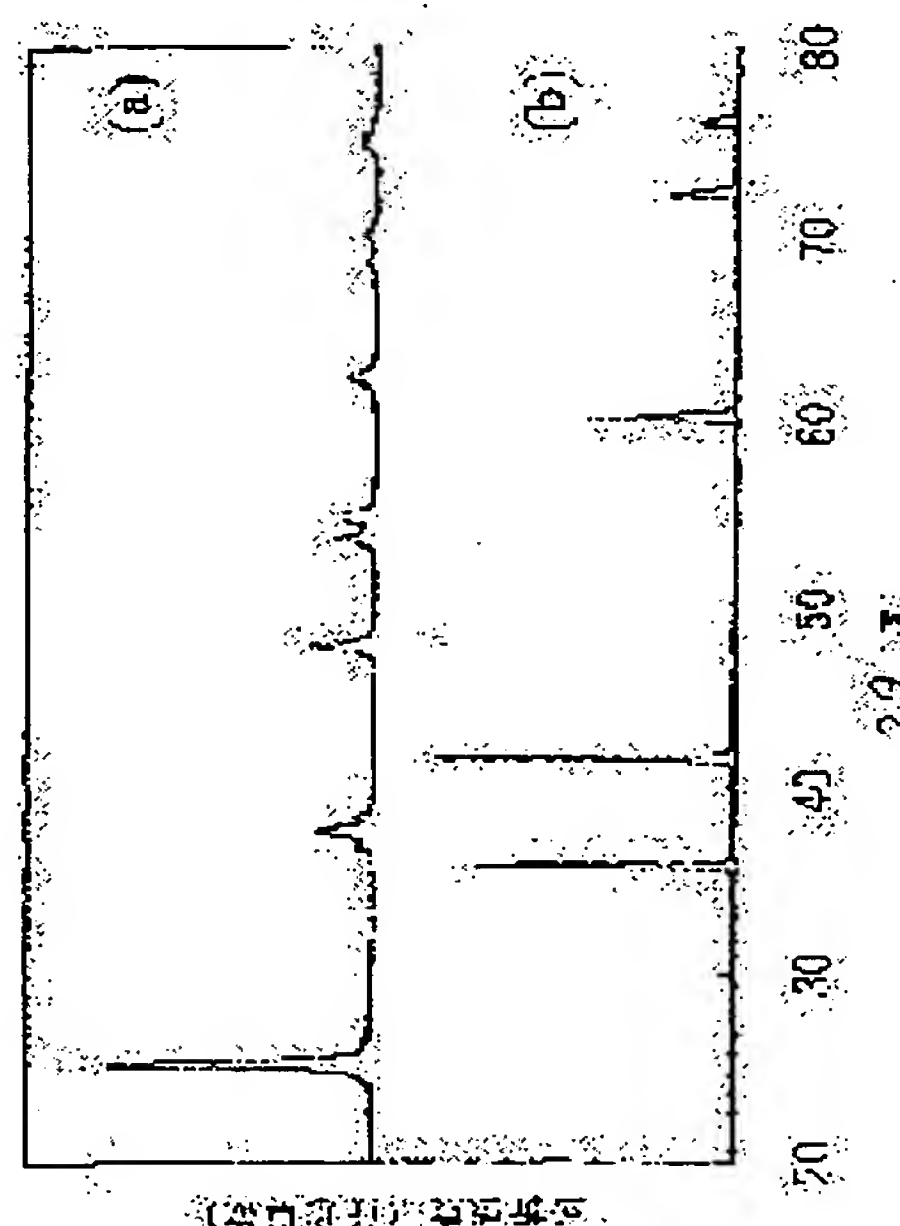
TANAKA SHIGERU

## (54) HIGHLY ACTIVE PHOTOCATALYST CARBON-DOPED TITANIUM DIOXIDE AND ITS MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a photocatalyst material comprising TiO<sub>2</sub> doped with carbon which has not been manufactured, and its manufacturing method.

SOLUTION: The photocatalyst material comprising highly active photocatalyst carbon-doped titanium dioxide is manufactured by calcining titanium carbide in air or oxygen atmosphere. The photocatalyst material comprising anatase type or rutile type titanium dioxide is manufactured from titanium carbide by the calcination condition of titanium carbide.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

23.05.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-167370

(P2004-167370A)

(43) 公開日 平成16年6月17日(2004.6.17)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
B O 1 J 35/02	B O 1 J 35/02 J	4 G 0 6 9
B O 1 J 21/18	B O 1 J 21/18 Z	
B O 1 J 37/14	B O 1 J 37/14	
C O 1 B 3/04	C O 1 B 3/04 A	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2002-335975 (P2002-335975)  
(22) 出願日 平成14年11月20日 (2002.11.20)

(71) 出願人 000004097  
日本原子力研究所  
千葉県柏市末広町14番1号  
(74) 代理人 100089705  
弁理士 社本 一夫  
(74) 代理人 100076691  
弁理士 増井 忠武  
(74) 代理人 100075270  
弁理士 小林 泰  
(74) 代理人 100080137  
弁理士 千葉 昭男  
(74) 代理人 100096013  
弁理士 富田 博行  
(74) 代理人 100092015  
弁理士 桜井 周矩

最終頁に続く

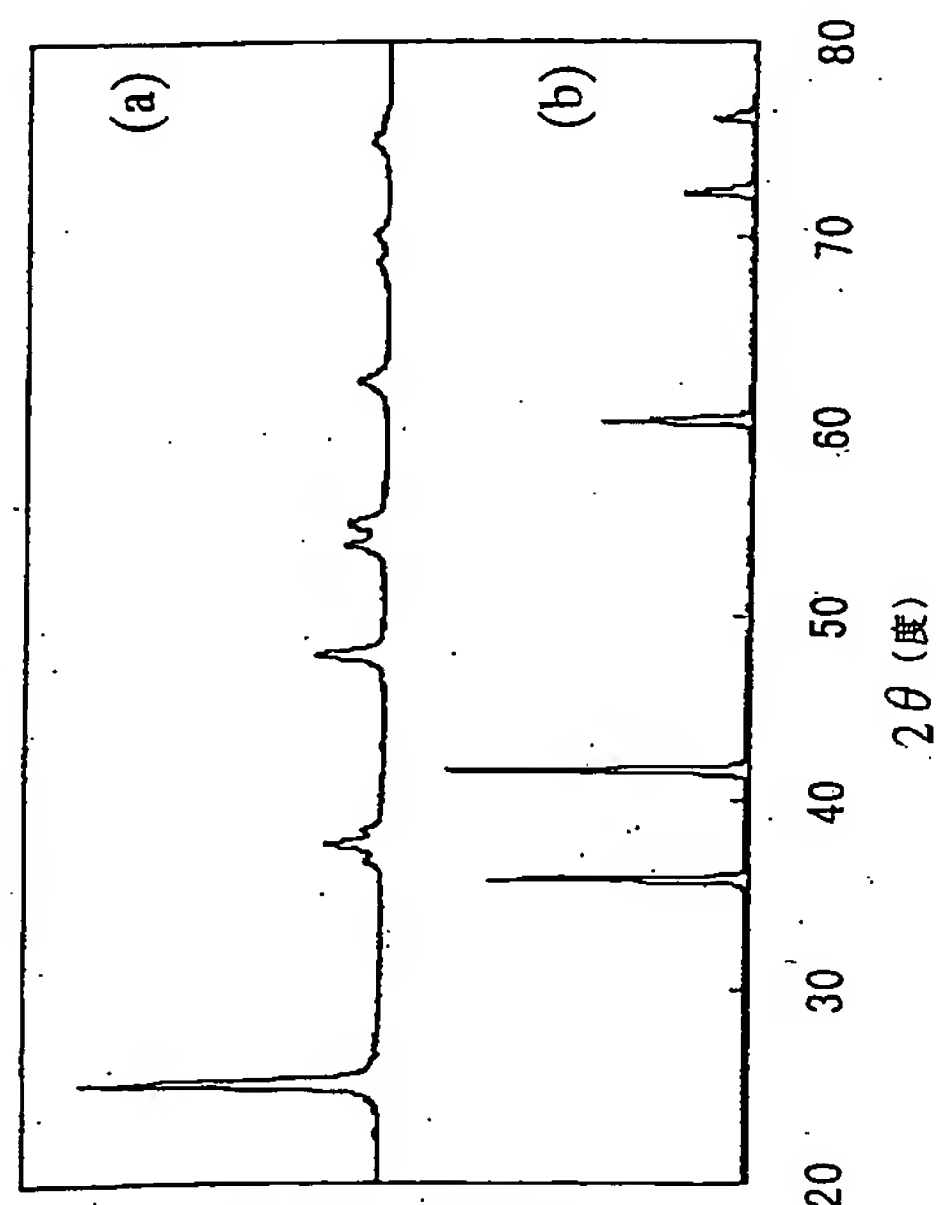
(54) 【発明の名称】 高活性光触媒炭素ドーブ二酸化チタンとその作製方法

## (57) 【要約】

【課題】 作製された事例のない炭素ドーブされた  $\text{TiO}_2$  からなる光触媒材料及びその作製法である。

【解決手段】 炭化チタンを空気もしくは酸素雰囲気中で焼成することにより高活性光触媒炭素ドーブ二酸化チタンからなる光触媒材料の作製する。その炭化チタンの焼成条件により、炭化チタンからアナターゼ型又はルチル型の二酸化チタンからなる光触媒材料が作製される。

【選択図】 図1



(a) (b) 図1

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

二酸化チタンに炭素をドーピングすることによって得られる高活性光触媒炭素ドーピング二酸化チタンからなる光触媒材料。

## 【請求項2】

炭化チタンを空気もしくは酸素雰囲気中で焼成することにより高活性光触媒炭素ドーピング二酸化チタンからなる光触媒材料の作製方法。

## 【請求項3】

炭化チタンの焼成条件により、炭化チタンからアナターゼ型又はルチル型の炭素ドーピング二酸化チタンからなる光触媒材料が作製される請求項2記載の方法。

10

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、炭素ドーピング $TiO_2$ 光触媒材料とその作製方法に関するものである。さらに詳しくは、 $TiC$ を空気中もしくは酸素雰囲気中にて高温で焼成する事によって得られる光触媒材料とその作製方法に関するものである。

## 【0002】

## 【従来の技術】

従来から、 $TiO_2$ は光触媒材料として様々な技術への利用が試みられてきた。現在でも、光触媒性能を向上させることを目的として、不純物を同化合物に対してドーピングする研究が盛んに行われている。

20

## 【0003】

最近の研究では、 $TiO_2$ に対する非金属ドーピングに注目が集まっている。特開2001-205103では、窒素をドーピングすることにより、 $TiO_2$ の光吸収帯が紫外域から可視域まで拡大し、結果として、可視光下でも光触媒性能を持つ材料の開発に成功したと報告されている。また、硫黄をドーピングした場合も同様の効果が得られる（特願2002-161069）。さらに、フッ素ドーピング $TiO_2$ では、光応答性が向上するとともに光触媒性能が改善するといわれている。このように、 $TiO_2$ への非金属ドーピングは当該物質の光触媒性能を向上させる働きを有する事が示されており、非金属元素Cに対しても同様の効果が期待できる。しかしながら、Cドーピング $TiO_2$ が作製されたという例は存在しない。

30

## 【0004】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、以上の状況に基づいてなされており、作製された事例のない炭素ドーピング $TiO_2$ の作製を可能にするものである。本発明の課題は炭素ドーピング $TiO_2$ とその作製法を提供する事である。

## 【0005】

## 【課題を解決するための手段】

本発明は、上記の課題を解決するものとして、 $TiC$ を焼成して得られる光触媒材料とその作製法を提供する。詳しくは、温度300～800℃にて、空気もしくは酸素雰囲気中で $TiC$ を焼成する製造法をその態様としている。

40

## 【0006】

## 【発明の実施の形態】

本発明が提供する光触媒材料は、上記のとおり、 $TiC$ を焼成することによって得られるものである。本発明での $TiC$ の焼成方法には特に制限はなく、電気炉などにて、空気中もしくは酸素雰囲気中に行なわれる。焼成温度は300～800℃（好ましくは350℃前後）、時間は1～20.0時間（好ましくは1.00時間前後）である。

## 【0007】

本発明で用いる $TiC$ の形状にも特に制限はないが、粉末が好ましい。粉末ならば粒径が制御されたものが市販されている。

## 【0008】

50

**【実施例】**

以下、実施例を示し、さらに本発明について詳しく説明する。

**(実施例 1)**

空気中にて 350℃ で 100 時間だけ、TiC 粉末 (粒径: 0.9 ~ 1.5 μm) を熱処理した。得られた粉末結晶と TiC 粉末結晶との X 線回折 (XRD) パターンの相違を図 1 に示す。図 1 の (a) は、炭化チタン (TiC) を 350℃ で、100 時間熱処理して得られた粉末の XRD 測定結果であり、図 1 の (b) は、純粋な TiC の XRD 測定結果である。XRD の結果より、TiC が酸化されアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> に変化したことが明らかになった。

**【0009】**

元素分析装置が備え付けられた走査電子顕微鏡 (SEM/EDX) 測定によって、純粋な TiO<sub>2</sub> と比較して、本発明により作製した TiO<sub>2</sub> には 2 ~ 3 倍の炭素が存在していることが分かった。以上の結果より、炭素ドーブアナターゼ TiO<sub>2</sub> が作製できたことが示された。

**【0010】**

炭素ドーブアナターゼ TiO<sub>2</sub> と純粋なアナターゼ TiO<sub>2</sub> に対する水の分解実験の結果を図 2 に示す。水の分解実験は、純水 400 ml に各々の試料 (1 g) を入れ、UV ランプ照射 (光源: 300 W の UV ランプ) 中に生成される水素の量をガスクロマトグラフィーによって測定することにより行った。この実験の結果より、炭素ドーブアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> が純粋な未ドーブ TiO<sub>2</sub> よりも高い光触媒性能を持つことが明らかになった。

**【0011】**

図 2 の (a) は、TiC の焼成から作製された炭素ドーブアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> の紫外光照射時間に対する水の分解によって生成する水素の生成量を示し、また、図 2 の (b) は、純粋なアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> の紫外光照射時間に対する水の分解によって生成する水素の生成量を示している。

**【0012】****(実施例 2)**

TiC 粉末を空気中にて 800℃ で 2 時間の熱処理後に得られた粉末結晶は、XRD パターンよりルチル型二酸化チタンであることが明らかとなった。それに続く、試料の元素分析からも、純粋な二酸化チタンと同じルチル型の酸化チタンの作製ができたことを確認した。

**【0013】****【発明の効果】**

1. TiC を空気中で熱処理することによって、炭素ドーブアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> という新しい光機能材料を創製した。

**【0014】**

2. 炭素ドーブアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> は、従来の市販用のアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> より単位重量当たりで高い光触媒性能を持ち、新たな高活性光触媒材料として有効である。

**【0015】**

3. TiC の焼成温度と焼成時間の変化によってルチル型とアナターゼ型酸化チタンを別々に作製することができた。

**【図面の簡単な説明】**

【図 1】炭化チタン (TiC) を 350℃ で、100 時間熱処理した後の試料 (a) と純粋な TiC (b) の XRD 測定結果を示す図である。

【図 2】TiC の焼成から作製された炭素ドーブアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> (a) と純粋なアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> (b) の水分解実験結果を示す図である。

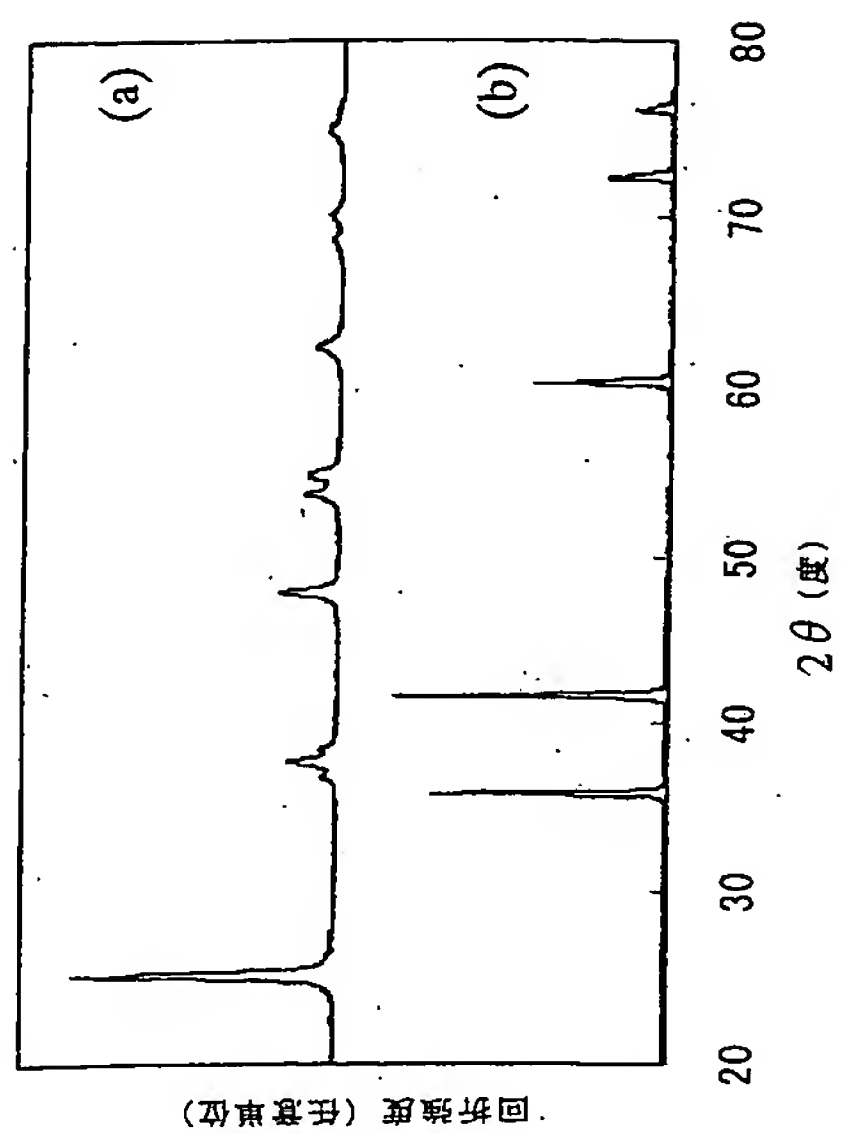
10

20

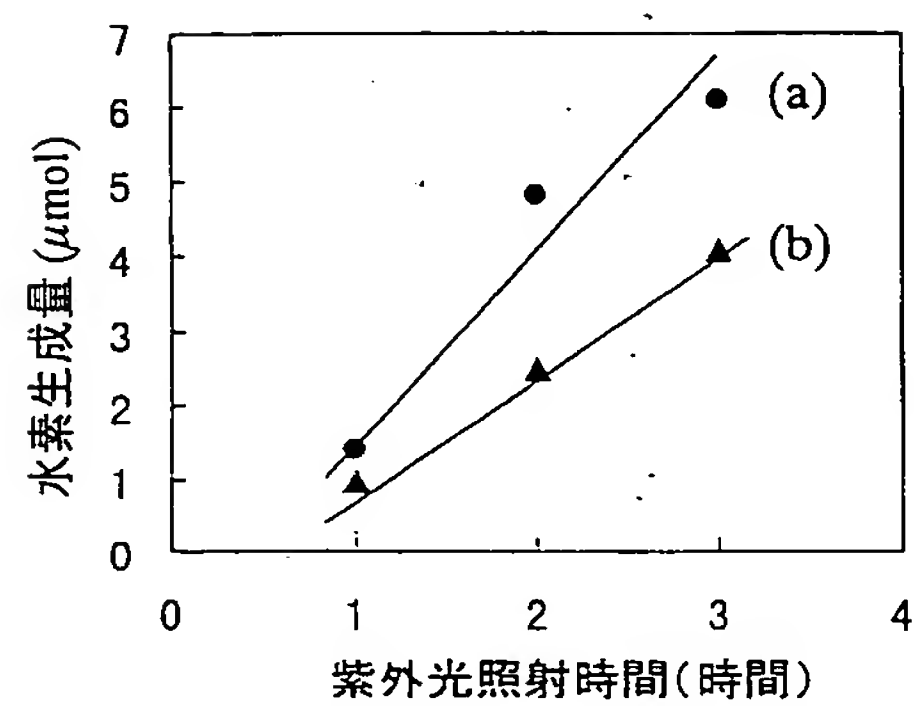
30

40

【 図 1 】



【 図 2 】



## フロントページの続き

(72)発明者 崔 永樹

群馬県高崎市綿貫町1 2 3 3 番地 日本原子力研究所高崎研究所内

(72)発明者 梅林 励

群馬県高崎市綿貫町1 2 3 3 番地 日本原子力研究所高崎研究所内

(72)発明者 山本 春也

群馬県高崎市綿貫町1 2 3 3 番地 日本原子力研究所高崎研究所内

(72)発明者 田中 茂

群馬県高崎市綿貫町1 2 3 3 番地 日本原子力研究所高崎研究所内

Fターム(参考) 4G069 AA08 BA04A BA04B BA08A BA08B BA48A BB15C BC50C BD04C CC33  
DA05 EA01Y EC22X EC22Y EC25 FA01 FB30 FB40 FC02 FC06